

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 57-071900

(43)Date of publication of application : 04.05.1982

(51)Int.Cl.

C30B 35/00  
// H01L 21/02  
H01L 21/208

(21)Application number : 55-148728

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 23.10.1980

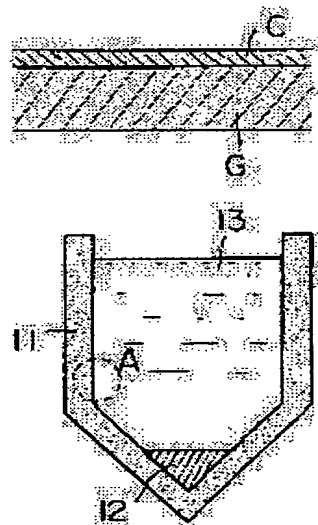
(72)Inventor : NANBA HIROKUNI  
OSAKA HAJIME  
KAKADO KOUICHI

## (54) PREPARATION OF SIGNAL CRYSTAL

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To prepare an improved single crystal having no intergranular crystal in the peripheral part, by using a crucible made of graphite coated with a specific carbon pieces in a method wherein a melt solidified by cooling to form a single crystal in a crucible.

**CONSTITUTION:** In a method wherein a single crystal having the same shape as that of a crucible by solidification from a melt (or separating out from a solution) is prepared by making proper temperature difference between the forming part of single crystal and a raw material part in the crucible, a hydrocarbon gas (e.g., methane, propane) is brought into contact with the graphite base plate G of the crucible heated at (about 1,500W2,000° C), to give the crucible 11 on which fine carbon pieces C caused by thermal decomposition is deposited. This crucible is used to prepare a single crystal from the raw material liquid 13 (the signal 12 is seed crystal for preparing a single crystal).



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

7/8

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-71900

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 30 B 35/00  
// H 01 L 21/02  
21/208

識別記号

庁内整理番号  
6703-4G

③ 公開 昭和57年(1982)5月4日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 単結晶の製造方法

⑰ 特 願 昭55-148728

⑱ 出 願 昭55(1980)10月23日

⑲ 発 明 者 難波宏邦  
大阪市此花区島屋1丁目1番3  
号住友電気工業株式会社大阪製  
作所内

⑳ 発 明 者 大坂始

大阪市此花区島屋1丁目1番3  
号住友電気工業株式会社大阪製  
作所内

㉑ 発 明 者 香門浩一

大阪市此花区島屋1丁目1番3  
号住友電気工業株式会社大阪製  
作所内

㉒ 出 願 人 住友電気工業株式会社  
大阪市東区北浜5丁目15番地

明 細 書

1 発明の名称 単結晶の製造方法

2 特許請求の範囲

ルツボ内で融液を固化せしめ、あるいはルツボ内で溶液より晶出せしめることによりルツボの形状に沿った形状の単結晶を製造する方法において、ルツボ材質として加熱された黒鉛基板上へ炭化水素ガスを高温で加熱分解させ、生じた微細な炭素片を沈着コーティングすることを特徴とする単結晶の製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明はルツボ内に単結晶を製造する方法に関するものである。

ルツボ内に於いて、単結晶生成部と原料部との間に適当な温度差を設けることにより融液から凝固又は溶液からの晶出によりルツボの形状に沿った形状の単結晶を製造する方法はいつか提案されている。

これらの方法は結晶成長過程が極めて自然であり非常に高品質の結晶が得られるという特長

があるが、一方単結晶とルツボの間に物理的あるいは化学的結合を生じ易く、その結果、結晶内に結晶粒界が導入され易く、単結晶を得にくいという欠点があり工業的には殆んど使用されていないのが現状である。

本発明はこの欠点つまり、ルツボの内表面と単結晶の外表面の間の化学的又は物理的な結合を防ぎ良好な品質の単結晶を工業的に得ることを目的としたものである。

ルツボの材質としてはこれまで通常石英又はグラフアイトを使用していた。石英はしばしば原料液と濡れ性を有し結晶と化学的に結合を生じ易いし、又グラフアイトは気孔率が高く、表面は極めて起伏に富んでいるため原料液のグラフアイト内部への侵入を生じ、その結果物理的に結晶との間に結合を生じ易い欠点があつた。

本発明はこれを防ぐためルツボ材質としてPGコーティンググラフアイト(パイロラテック・グラフアイト)を用いるものである。

PGコーティングとは加熱された黒鉛基板上

(1)

(2)

FP04-0161 -00W0-XX
04.9.14
SEARCH REPORT

へ炭化水素ガス(メタン、アセチレン、プロパン等)を約1500~2000°C程度の高温で加熱分解させ、生じた微細な炭素片を沈着コーティングすることであり、この沈着した炭素片は第1図に示す如く結晶構造は多結晶体であるにもかかわらず、各々の結晶子(1)がC軸方向にはほぼ垂直になる様に高度に配置するため全体として層状の網状構造を形成している。このため基板風船(2)に存在した気孔(3)は表面に出て来ず、しかもコーティング層の表面の滑りは非常に良好となる。この結果単結晶とルツボとの間の反応が抑制される。

第2図(イ)は本発明を実施したルツボと単結晶の関係を示すものである。(ロ)はルツボ、(ハ)は単結晶、(ニ)は原料液体を示す。(イ)図は同温度との関係図、(イ)図は(イ)図のA部の拡大断面図で(ロ)はP Gコーティング層、(ハ)は基質グラファイトを示す。

第3図は本発明の実験例で、Inメタル浴媒を用いたソリューショングロス (Solution growth)

(3)

の例を示す。

(イ)図に於て(ロ)はP Gコーティング、グラファイトルツボ、(ロ)はInメタル、(ロ)はInP単結晶、(ロ)はInP多結晶、(ロ)は透明石英アンプル、(ロ)は炉を示す。

(イ)図は温度との関係を示す説明図である。  
 $T = 800^{\circ}\text{C}$ 、 $T = 1100^{\circ}\text{C}$  温度勾配  $30^{\circ}\text{C}/\text{cm}$   
 P Gコーティンググラファイトルツボ内径10φ、深さ30φ得られた結晶は結晶粒のない単結晶であつた。

同上の条件で通常のグラファイトを使用した場合、得られた結晶は周辺部を中心に多数の結晶粒界を有する多結晶であつた。

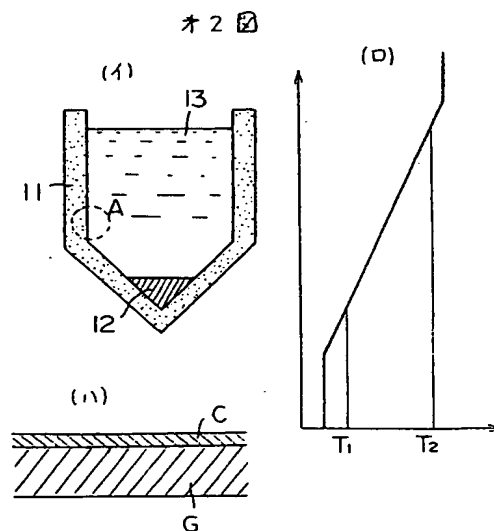
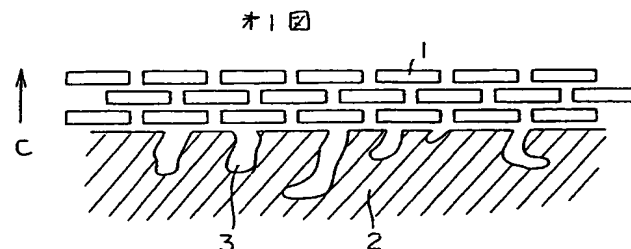
以上の如く本発明の方法によれば結晶粒界の生成の原因となる応力を及ぼすルツボと単結晶間の化学的又は物理的な結合が生じないので、周辺部に結晶粒界を含まない良好な単結晶が得られる。また単結晶の取り出しが容易であるのでルツボの破損がなく、ルツボを繰返し使用することが出来る等の利点がある。

(4)

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はP Gコーティングの説明図、第2図(イ)は本発明の説明図、(イ)図はルツボ内の温度の関係図、(イ)図は(イ)図のA部の拡大図、第3図(イ)は同実験例の装置図、(イ)図は温度の関係図を示す。

代理人 佐藤



(5)

図3

